

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 84111051.3

51 Int. Cl.⁴: **C 08 B 5/04**

22 Anmeldetag: 17.09.84

30 Priorität: 26.09.83 DE 3334823

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
17.04.85 Patentblatt 85/16

84 Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB

71 Anmelder: Wolff Walsrode Aktiengesellschaft
Postfach
D-3030 Walsrode 1(DE)

72 Erfinder: Lühmann, Erhard, Dipl.-Ing.
Kastanien Weg 2
D-3036 Bomlitz(DE)

72 Erfinder: Hoppe, Lutz, Dr.
Am Badeteich 8
D-3030 Walsrode(DE)

72 Erfinder: Szablikowski, Klaus Dr.
Claudiusstrasse 5
D-3030 Walsrode(DE)

74 Vertreter: Kutzenberger, Helga, Dr. et al,
c/o Bayer AG Zentralbereich Patente Marken und
Lizenzen
D-5090 Leverkusen 1, Bayerwerk(DE)

54 Verfahren zur Herstellung rieselfähiger Nitrocellulose.

57 Verfahren zur Herstellung rieselfähiger, faserfreier, lagerstabiler Nitrocellulose, indem man die mit Wasser oder Alkohol gefeuchtete Nitrocellulose mit einem Lösungsmittelgemisch aus einem Lösungsmittel für Nitrocellulose und einem niedrigen aliphatischen Alkohol kurz behandelt, die alkoholhaltige flüssige Phase dekantiert und die nitrocellulosehaltige Phase mit Hilfe eines Schneckenextruders zu Granulat verarbeitet.

EP 0 137 357 A2

Best Available Copy

Wolff Walsrode AG

3030 Walsrode-Bomlitz
Str/m-cVerfahren zur Herstellung rieselfähiger Nitrocellulose

- Gegenstand der Erfindung sind Verfahren zur Herstellung rieselfähiger, faserfreier, lagerstabiler Nitrocellulose, indem man die mit Wasser oder Alkohol gefeuchtete Nitrocellulose mit einem Lösungsmittelgemisch aus einem
- 5 Lösungsmittel für Nitrocellulose und einem niedrigen aliphatischen Alkohol kurz behandelt, die alkoholhaltige flüssige Phase dekandiert und die nitrocellulosehaltige Phase mit Hilfe eines Schneckenextruders zu Granulat verarbeitet.
- 10 Nitrocellulose muß, da es sich im trockenen Zustand selbst leicht entzündet, mit einem Anfeuchtmittel wie einem niedrigen Alkohol, vorzugsweise Methanol, Ethanol, Isopropanol oder Butanol behandelt werden, um die Entzündungsgefahr bei Lagerung und Transport zu verringern. Diese
- 15 alkoholfeuchte Nitrocellulose wird in Form faseriger Wolle oder als verdichtete Ware in den Handel gebracht. Im ersten Fall entstehen wegen des niedrigen Schüttgewichts hohe Frachtkosten, die bei der verdichteten Ware nicht anfallen. Da aber beim Verdichtungsverfahren die faserige Struktur der Wolle erhalten bleibt, fällt
- 20 bei der Verarbeitung und Handhabung durch Handelsformen in aller Regel ein hoher Staubanfall an, der die Entzündungsgefahr wieder vergrößert.

WW 5220-EP

Es besteht daher ein Bedarf, alkoholfuchte Nitrocellulose in rieselfähige, vorzugsweise granuliert Form, zur Verfügung zu stellen.

Solche Verfahren sind bereits in der DAS 3 041 085
5 beschrieben, indem man Nitrocellulose in einem Lösungsmittelgemisch bestehend aus einem Löser und Nichtlöser für die Nitrocellulose zu einer homogenen, nichtklebrigen Phase auflöst und anschließend gegebenenfalls nach der gewünschten Formgebung die flüchtigen Bestandteile
10 wie Wasser und Alkohol durch Destillation entfernt. Man erhält dadurch ein leicht handhabbare Nitrocellulose, die sich insbesondere zur Herstellung von Zusätzen in Polyurethanlacken eignet, da die mit den Isocyanatgruppen reagierenden Verbindungen Wasser und Alkohol
15 restlos entfernt worden sind.

In dem US-Patent 3 284 253 ist ein Verfahren zur Herstellung von mit einem Nichtlösungsmittel befeuchtete Nitrocellulose beschrieben. Nach diesem Verfahren wird die Nitrocellulose zunächst durch Zusatz eines organischen Lösungsmittels zu einer wäßrigen Nitrocelluloseaufschlammung so weit erweicht, daß die Nitrocellulosestruktur verschwindet und anschließend zu Granulat verarbeitet, wobei organische Lösungsmittel abdestilliert und das
20 restliche überschüssige Wasser abgetrennt wird. Dieser feuchten Nitrocellulose wird ein flüchtiges Nichtlösungsmittel, vorzugsweise Toluol, zugesetzt und das Wasserazeotrop abdestilliert, so daß letztendlich eine rieselfähige mit Toluol angefeuchtete Nitrocellulose erhalten wird.
25

WW 5220

Best Available Copy

Nachteilig bei diesen bekannten Verfahren zur Herstellung rieselfähiger Nitrocellulose sind die aufwendigen Behandlungsschritte der Nitrocellulose mit dem Nichtlösungsmittel, insbesondere die Destillationsstufe
5 zur Entfernung des beim Aufweichen der Nitrocellulose mitverwendeten Nichtlösungsmittels. Dieser Verfahrensschritt kann durch das erfindungsgemäße Verfahren vermieden werden.

Die vorliegende Erfindung betrifft daher im Verfahren
10 zur Herstellung rieselfähiger, faserfreier mit Alkohol befeuchteter Nitrocellulose, die dadurch gekennzeichnet sind, daß man die wasser- oder alkoholfuchte Nitrocellulose in einem Gemisch aus einem Lösungsmittel für Nitrocellulose und einem niedrigen Alkohol, vorzugs-
15 weise dem späteren Anfeuchtungsmittel, und Wasser aufweicht bis die Nitrocellulosefasern verschwinden, von dem dabei entstehenden Zweiphasengemisch die alkohohaltige flüssige Phase dekandiert und die nitrocellulosehaltige Phase mit Hilfe eines Schneckenextruders
20 in üblicher Form zu Granulat verarbeitet, wobei die Menge des Gemisches 75 - 155 Gew.-% bezogen auf trockne Nitrocellulose beträgt und die Komponenten des Gemisches nämlich Lösungsmittel für NC, niederer Alkohol:Wasser im Verhältnis 1:(0,2-4):(0,2-4) stehen.

25 Als Alkohole, die in dem Lösungsmittelgemisch zur Behandlung der Nitrocellulose verwendet werden, eignen sich vorzugsweise die bekannten Anfeuchtungsmittel wie niedrige aliphatische Alkohole mit C_1-C_4 , insbesondere Methanol, Ethanol, Propanol, Isopropanol und Butanol.
30 Auch Mischungen dieser Alkohole können verwendet werden.

WW 5220

Als Lösungsmittel für die Nitrocellulose können auch alle bekannten und üblichen mit Wasser mischbaren Lösungsmittel verwendet werden, vorzugsweise aliphatische Ketone wie z. B. Aceton.

- 5 Die Nitrocellulose wird mit Alkohol oder Wasser befeuchtet, vorzugsweise mit Wasser befeuchtet, eingesetzt. So behandelte Nitrocellulosen können in allen Viskositätsstufen nach dem erfindungsgemäßen Verfahren zu Granulaten verarbeitet werden. Insbesondere eignet sich das
- 10 erfindungsgemäße Verfahren zur Aufarbeitung von wasserfeuchter Nitrocellulose mit einem Stickstoffgehalt von 10,2 bis 12,4 Gew.-%.

- Vorzugsweise wird das erfindungsgemäße Verfahren so durchgeführt, daß die mit Alkohol oder Wasser befeuchtete
- 15 Nitrocellulose mit dem Lösungsmittelgemisch kurze Zeit (1 bis 10 Min., vorzugsweise 2 bis 5 Min.) unter Rühren bis zum Erweichen und Auflösen der Nitrocellulosefasern behandelt, das Rühren unterbrochen und die Mischung solange stehen gelassen bis sich eine Zweiphasenmischung
- 20 bildet, wovon die flüssige Phase abgetrennt und die nitrocellulosehaltige Phase in einem Schneckenextruder zu Fäden versponnen und anschließend granuliert wird. Üblicherweise enthalten diese Granulate kaum noch Reste des Lösungsmittels, das für das Erweichen der
- 25 Nitrocellulose verwendet worden ist. Um diese eventuell vorhandenen Lösungsmittelreste vollständig zu entfernen, kann das Granulat mit dem Anfeuchtungsmittel, das auch zur Lagerung der Nitrocellulose verwendet wird, extrahiert werden.

Die erfindungsgemäß hergestellte rieselfähige Nitro-
cellulose zeichnet sich durch ein hohes Schüttgewicht
mit sehr geringem Staubanteil und damit geringerem
Risiko bei der Lagerung und beim Transport aus. Die
5 so hergestellte mit Anfeuchtungsmittel versehene Nitro-
cellulose kann zur Herstellung aller NC enthaltenden
Farben und Lacke eingesetzt werden.

WW 5220

Beispiel

In einem Glasgefäß werden 100 g wasserfeuchte Nitro-
cellulose, bestehend aus 65 g trockener Nitrocellulose
der Norm 24 E und 35 g Wasser mit 80 g Lösungsmittel-
gemisch, bestehend aus 30 g Isopropanol und 50 g Aceton,
5 mit einem Rührer vermischt. Der Rührer wird abgeschaltet,
und die NC-haltige Masse 5 Minuten stehen gelassen, die
sich bildende, flüssige Phase abgetrennt und anschließend
wird die NC-haltige Masse durch ein Schneckenaggregat
zu einem Faden mit einem Durchmesser von 3 mm gedrückt,
10 nach einer Lufttrocknung (ca. 4 Min.) in ca. 4 mm
Teilstücke geschnitten wird.

Anschließend werden diese Granulate 3 mal in jeweils 40 g
Isopropanol 1 h bei 25°C extrahiert und solange getrock-
net, bis die Zusammensetzung 65 Gew.-% NC und 35 Gew.-%
15 Anfeuchtungsmittel erreicht wird.

Das Schüttgewicht der alkoholfeuchten, faserfreien
Nitrocellulose aus dem Beispiel 1 betrug 684 g/l. Diese
Granulate waren rieselfähig und wiesen eine sehr hohe
Abriebbeständigkeit auf.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von rieselfähiger, faserfreier, mit Alkohol befeuchteter Nitrocellulose (NC), dadurch gekennzeichnet, daß man die mit Wasser oder Alkohol befeuchtete Nitrocellulose mit einem Lösungsmittelgemisch aus einem Lösungsmittel für Nitrocellulose und einem niedrigen aliphatischen Alkohol und Wasser aufweicht, bis die Nitrocellulosefasern verschwinden, von dem sich dabei bildende Zweiphasengemisch die alkoholhaltige, flüssige Phase dekandiert und die nitrocellulosehaltige Phase mit Hilfe eines Schneckenextruders zu Granulat verarbeitet, wobei die Menge des Lösungsmittelgemisches 75-155 Gew.-%, bezogen auf trockene Nitrocellulose, beträgt, und im Gemisch Lösungsmittel für NC:niedriger Alkohol:Wasser im Gewichtsverhältnis 1:(0,2-4): (0,2-4) verwendet werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Lösungsmittel für (NC) aliphatische Ketone verwendet werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Alkohol Methanol, Ethanol, Propanol oder Isopropanol verwendet wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1-3, dadurch gekennzeichnet, daß als Alkohol der zur Lagerung der granulierten Nitrocellulose verwendete Alkohol eingesetzt wird.

WW 5220